

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2004 年 8 月 5 日 (05.08.2004)

PCT

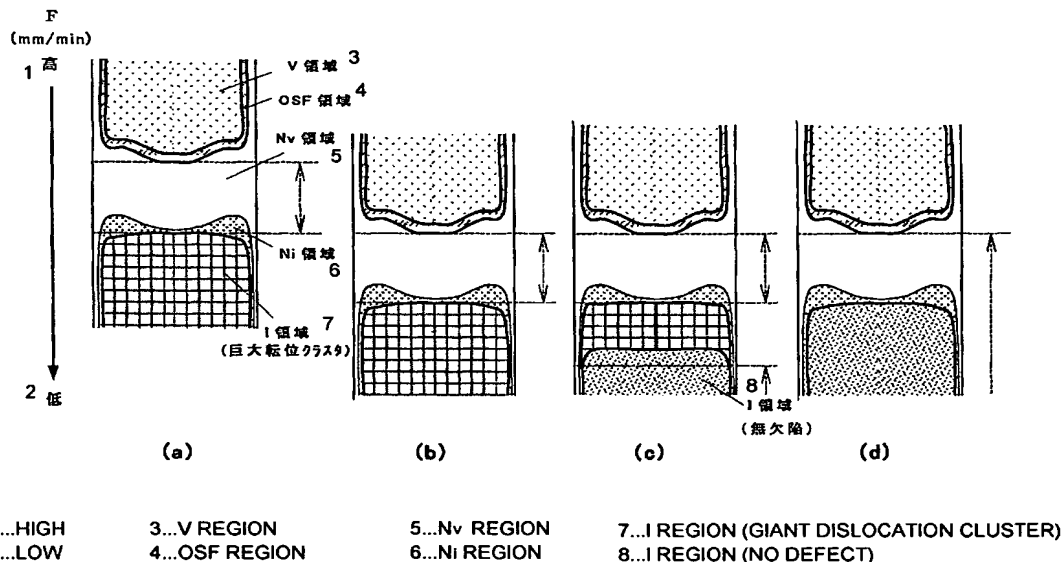
(10) 国際公開番号  
WO 2004/065666 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C30B 29/06, 15/04 (72) 発明者; および  
(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/016794 (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 櫻田 昌弘(SAKU-  
RADA, Masahiro) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県 西白河郡  
(22) 国際出願日: 2003 年 12 月 25 日 (25.12.2003) 西郷村 大字小田倉字大平 150 番地 信越半導体株  
(25) 国際出願の言語: 日本語 式会社半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 布施川  
(26) 国際公開の言語: 日本語 泉(FUSEGAWA, Izumi) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県 西  
(30) 優先権データ: 特願2003-10436 2003 年 1 月 17 日 (17.01.2003) JP 白河郡西郷村 大字小田倉字大平 150 番地 信越半  
(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 信越 導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).  
半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)  
[JP/JP]; 〒100-0005 東京都 千代田区 丸の内 1 丁目  
4 番 2 号 Tokyo (JP). (74) 代理人: 好宮 幹夫(YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041  
東京都 台東区 元浅草 2 丁目 6 番 4 号 上野三生ビル  
4 F Tokyo (JP). (81) 指定国(国内): CN, KR, US.  
(84) 指定国(広域): ヨーロッパ特許(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

[続葉有]

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING P DOPED SILICON SINGLE CRYSTAL AND P DOPED N TYPE SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER

(54) 発明の名称: P ドープシリコン単結晶の製造方法及びP ドープN型シリコン単結晶ウェーハ



(57) Abstract: A process for producing a P (phosphorus) doped silicon single crystal by Czochralski method, characterized in that a single crystal is grown such that at least Al (aluminum) concentration is not lower than  $2 \times 10^{12}$  atoms/cc. A process for producing a P doped silicon single crystal including no defective region, e.g. a V region, an OSF region or a giant dislocation cluster (LSEPD, LFPD) region, and having excellent electrical characteristics of high withstand voltage easily and inexpensively can be provided.

(57) 要約: 本発明は、チョクラスキー法によりP (リン) がドープされたシリコン単結晶を製造する方法において、少なくとも、Al (アルミニウム) 濃度が  $2 \times 10^{12}$  atoms/cc 以上になるよ

[続葉有]



添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

---

うにして単結晶の成長を行うことを特徴とするPドーピングシリコン単結晶の製造方法である。これにより、例えば、V領域、OSF領域および巨大転位クラスタ（LSEPD、LFPD）領域を含まない、高耐圧の優れた電気特性を持つ無欠陥領域のPドーピングシリコン単結晶を簡単かつ安価で製造する方法を提供することができる。

## 明 細 書

P ドープシリコン単結晶の製造方法及びP ドープN型シリコン単結晶ウェーハ

## 5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー法によるP ドープシリコン単結晶の製造方法及びP ドープN型シリコン単結晶ウェーハに関し、特に、V領域、OSF領域および巨大転位クラスタ（LSEPD、LFPD）領域を含まない、高耐圧となる電気特性の優れた能力を持つ、無欠陥領域のP ドープシリコン単結晶の製造方法及びP ドープN型シリコン単結晶ウェーハに関する。

## 背景技術

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶は、例えばシリコン単結晶があり、主にチョクラルスキー法（Czochralski Method、以下CZ法と略称する）により製造されている。

CZ法により単結晶を製造する際には、例えば図2に示すような単結晶製造装置10を用いて製造される。この単結晶製造装置10は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して熔融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メインチャンバー11内に収容されている。メインチャンバー11の天井部からは上に伸びる引き上げチャンバー12が接続されており、この上部に単結晶13をワイヤー14で引上げる機構（不図示）が設けられている。

メインチャンバー11内には、熔融された原料融液15を収容する石英ルツボ16とその石英ルツボ16を支持する黒鉛ルツボ17が設けられ、これらのルツボ16、17は駆動機構（不図示）によって回転昇降自在にシャフト18で支持されている。このルツボ16、17の駆動機構は、単結晶13の引き上げに伴う原料融液15の液面低下を補償すべく、ルツボ16、17を液面低下分だけ上昇させるようにしている。

そして、ルツボ16、17を囲繞するように、原料を熔融させるための黒鉛ヒ

ーター 19 が配置されている。この黒鉛ヒーター 19 の外側には、黒鉛ヒーター 19 からの熱がメインチャンバー 11 に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材 20 がその周囲を取り囲むように設けられている。

また、ルツボの上部には黒鉛筒 23 を設け、その外側下端に原料融液 15 と対向するように断熱材 24 を設けて融液面からの輻射をカットするとともに原料融液表面を保温するようにしている。

以上のような単結晶製造装置内に配置された石英ルツボ 16 に原料塊を収容し、このルツボ 16 を、上記のような黒鉛ヒーター 19 により加熱し、石英ルツボ 16 内の原料塊を溶融させる。このように原料塊を溶融させたものである原料融液 15 に、ワイヤー 14 の下端に接続している種ホルダー 21 で固定された種結晶 22 を着液させ、その後、種結晶 22 を回転させながら引き上げることにより、種結晶 22 の下方に所望の直径と品質を有する単結晶 13 を育成する。この際、種結晶 22 を原料融液 15 に着液させた後に、直径を 3 mm 程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引き上げている。

このような CZ 法によって製造されるシリコン単結晶は、主として半導体デバイスの製造に用いられる。近年、半導体デバイスでは高集積化が進み、素子の微細化が進んでいる。素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入される *Grown-in* 結晶欠陥の問題がより重要となっている。

ここで、*Grown-in* 結晶欠陥について説明する（図 4 参照）。

シリコン単結晶において、結晶成長速度が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされている FPD (*Flow Pattern Defect*) 等の *Grown-in* 欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域は V (*Vacancy*) 領域と呼ばれている。また、成長速度を低めていくと成長速度の低下に伴い OSF (*Oxidation Induced Stacking Fault*) 領域が結晶の周辺からリング状に発生し、このリングの外側に格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられている LSEPD (*Large Secco Etch Pit Defect*)、LFPD (*Large Flow Pattern D*

effect)等の欠陥が低密度に存在し、この欠陥が存在する領域はI (Interstitial) 領域と呼ばれている。さらに、成長速度を低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に収縮して消滅し、全面がI領域となる。

近年、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD等も、  
5 格子間シリコン起因のLSEPD、LFPD等も存在しない領域の存在が発見されている。この領域はN (ニュートラル、Neutral) 領域と呼ばれる。また、このN領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するN<sub>v</sub>領域 (空孔の多い領域) とI領域に隣接するN<sub>i</sub>領域 (格子間シリコンが多い領域) とがあり、N<sub>v</sub>領域では、熱酸化処理をした際に酸素析出量が多く、N<sub>i</sub>領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている。  
10

これらのGrown-in欠陥は、引き上げ速度 (F) とシリコンの融点から1400℃の間の引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 (G) の比であるF/Gというパラメーターにより、その導入量が決定され则认为られている (例えば、「V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59(1982), 625~643」参照。)。すなわち、F/Gが一定になるように、引き上げ速度と温度勾配を調節すれば、所望の欠陥領域、あるいは所望の無欠陥領域で単結晶を引き上げることができる (例えば、特開2000-178099号公報参照。)。  
15

そのため、従来、無欠陥領域の単結晶を得るためには、N領域に引き上げ速度  
20 等を制御して単結晶を引き上げる必要があった。このN領域の単結晶は比較的限られた引き上げ速度範囲での育成となるためその速度制御が難しく、結晶の生産性及び歩留まりが低かった。そのため、より簡単に製造できるように無欠陥領域の引き上げ速度範囲を広げる方法が求められていた。

## 25 発明の開示

本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、例えば、V領域、OSF領域および巨大転位クラスタ (LSEPD、LFPD) 領域を含まない、高耐圧の優れた電気特性を持つ無欠陥領域のPドープシリコン単結晶を簡単かつ安価で製造する方法およびPドープN型シリコン単結晶ウェーハを提供することを目的

とする。

本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、チョクラルスキー法により P（リン）がドーピングされたシリコン単結晶を製造する方法において、少なくとも、Al（アルミニウム）濃度が  $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  以上になるようにして単結晶の成長を行うことを特徴とする P ドーピングシリコン単結晶の製造方法を提供する。

このように、Al（アルミニウム）濃度が  $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  以上になるようにして P ドーピングシリコン単結晶の成長を行うことで、N 領域よりも低速側の領域が LFPD、LSEPD 等の巨大クラスタのない、無欠陥の I 領域となる P ドーピングシリコン単結晶を得ることができる。従って、従来は N 領域に限られていた無欠陥領域を I 領域にまで広げることができるので、高耐圧の優れた電気的特性を有する P ドーピングシリコン単結晶を簡単かつ安価で供給することができるようになる。

この場合、前記シリコン単結晶中の P の濃度が、 $1 \times 10^{14} \text{ atoms/cc}$  以上となるようにして単結晶の成長を行うのが好ましい。

このように、前記シリコン単結晶中の P の濃度が、 $1 \times 10^{14} \text{ atoms/cc}$  以上となるようにして単結晶の成長を行うことで十分に N 型の導電性を得ることができる。

この場合、前記単結晶の成長は、引き上げ速度を  $F \text{ (mm/min)}$  とし、シリコンの融点から  $1400^\circ\text{C}$  の間の引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を  $G \text{ (}^\circ\text{C/mm)}$  で表した時、 $F/G \text{ (mm}^2/\text{}^\circ\text{C} \cdot \text{min)}$  の値が 0.2 以下の値となるようにして引き上げるのが好ましく、さらに前記結晶の成長を、N 領域、I 領域の範囲内で行うのが好ましい。

このように、 $F/G \text{ (mm}^2/\text{}^\circ\text{C} \cdot \text{min)}$  の値が 0.2 以下の値となるようにして引き上げることで、例えば N 領域、I 領域の範囲内で結晶の成長を行うことができる。本発明の Al をドーピングした P ドーピングシリコン単結晶は I 領域も無欠陥であるため、上記範囲内であれば無欠陥の P ドーピングシリコン単結晶を容易に得ることができる。

さらに、本発明は、上記製造方法で製造されたことを特徴とする P ドーピングシリ

コン単結晶を提供し、該 P ドープシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハを提供する。

このような本発明の製造方法を用いて、P ドープシリコン単結晶を製造すれば、高品質の P ドープシリコン単結晶を生産性良く製造することができる。従って、  
5 該 P ドープシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハは、高品質でかつ安価なものとなる。

また、本発明は、少なくとも、Al（アルミニウム）濃度が、 $2 \times 10^{12}$  atoms/cc 以上であることを特徴とする P（リン）ドープ N 型シリコン単結晶ウェーハを提供する。

- 10 このように、少なくとも、Al（アルミニウム）濃度が、 $2 \times 10^{12}$  atoms/cc 以上である P（リン）ドープ N 型シリコン単結晶ウェーハは、N 領域よりも低速側の領域が LF PD、LSE PD 等の巨大クラスタのない、無欠陥の I 領域となる P ドープシリコン単結晶より得ることができる。従って、高耐圧の優れた電気的特性を有する P ドープ N 型シリコン単結晶ウェーハを簡単かつ安価  
15 で供給することができる。

この場合、前記ウェーハ中の P の濃度が、 $1 \times 10^{14}$  atoms/cc 以上であることが好ましい。

このように、前記ウェーハ中の P の濃度が、 $1 \times 10^{14}$  atoms/cc 以上であることで、十分に N 型の導電性を得ることができる。

- 20 この場合、前記ウェーハの全面が、N 領域及び／又は I 領域のウェーハであることが好ましい。

- このように、前記ウェーハの全面が、N 領域及び／又は I 領域のウェーハであることで、本発明の P ドープ N 型シリコン単結晶ウェーハは、I 領域も無欠陥であるため、簡単かつ安価で製造可能で、しかも高耐圧の優れた電気的特性を有するウェーハとなる。  
25

以上説明したように、本発明によれば、チョクラルスキー法により P ドープシリコン単結晶を製造する際に、アルミを所定量ドープすることで、I 領域が無欠陥領域となるため、例えば、V 領域、OSF 領域および巨大転位クラスタ（LSE PD、LF PD）領域を含まない、高耐圧の優れた電気特性能力を持つ、N 領

域および無欠陥 I 領域の P ドープシリコン単結晶の製造方法および P ドープ N 型シリコン単結晶ウェーハを簡単かつ安価で提供することができる。

#### 図面の簡単な説明

5 図 1 は、各条件での、成長速度と結晶欠陥分布の関係を表す説明図である。

(a) 比較例 3、(b) 比較例 1、(c) 比較例 2、(d) 実施例 1、実施例 2。

図 2 は、単結晶製造装置の概略図である。

10 図 3 (a) は、シリコン単結晶の成長速度と結晶切断位置の関係を示す関係図である。(b) は、成長速度と各領域を示す説明図である。

図 4 は、従来技術による成長速度と結晶欠陥分布の関係を表す説明図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

15 以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

ここで、引き上げ結晶のシリコンの融点から  $1400^{\circ}\text{C}$  の間の引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値  $G(^{\circ}\text{C}/\text{mm})$  の値であるが、これは総合伝熱解析ソフト FEMAG の計算により算出したものである。

20 FEMAG は、文献 (F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990)) に開示されている総合伝熱解析ソフトである。

以下、本発明について説明する。

25 チョクラルスキー法により B (ボロン) ドープシリコン単結晶を製造する際に、結晶肩から直胴尾部にかけて単結晶の成長速度を高速から低速へ漸減させると、OSF がある成長速度に達したときにシュリンクし、その後さらに低速領域で N 領域 ( $N_v$ 、 $N_i$  領域)、I 領域の順に各相が形成される。特に N 領域より低速側の I 領域は、サイズが約  $10\mu\text{m}$  以上の大きさに及ぶ巨大転位クラスタが形成されることが判っており、LSEPD、LFPD 等の欠陥が存在する。尚、



B ドープシリコン単結晶の場合、N 領域が形成されるのは、 $F/G (\text{mm}^2/\text{℃} \cdot \text{min})$  の値が  $0.20 \sim 0.22$  の範囲のときである。

一方、チョクラルスキー法により P ドープシリコン単結晶を製造する際に、結晶肩から直胴尾部にかけて単結晶の成長速度を高速から低速へ漸減させると、O S F がある成長速度に達したときにシュリンクし、その後さらに低速領域で N 領域 ( $N_v$ 、 $N_i$  領域)、I 領域の順に各相が形成される。また、この I 領域の巨大転位クラスタ群には L F P D は含まれておらず、L S E P D のみであった。尚、P ドープシリコン単結晶の場合、N 領域が形成されるのは、 $F/G (\text{mm}^2/\text{℃} \cdot \text{min})$  の値が  $0.18 \sim 0.20$  の範囲のときである。

10      このように、B ドープシリコン単結晶と P ドープシリコン単結晶では、欠陥分布の挙動に違いがあることが判った。本発明者らは、特に I 領域の結晶欠陥の発生状況の違いから、P ドープシリコン単結晶では、天然石英ルツボから溶出され、引き上げ結晶内部に取り込まれる Al 元素が、本来 I 領域で確認される巨大転位クラスタの形成を抑制することを見出した。

15      P ドープシリコン単結晶を引き上げる際、Al 成分をほとんど含まない合成石英ルツボを使用した時は、I 領域に巨大転位クラスタの存在が確認された。ところが、Al 元素が  $5 \times 10^{11} \text{ atoms/cc}$  以上  $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  未満の濃度範囲で引き上げ結晶内部に取り込まれるような天然石英ルツボを使用した時は、 $N_i$  領域よりすぐ低速側の I 領域では高密度の L S E P D が確認されるものの、さらに低速領域では L S E P D の形成がなく、無欠陥の I 領域であることがわかった。そこで本発明者らは、L S E P D が消滅した境界付近の I 領域の Al 濃度を調査したところ、 $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  程度であることが判明し、その際、その境界の  $F/G (\text{mm}^2/\text{℃} \cdot \text{min})$  の値は  $0.17$  であった。

25      そして、本発明者らは以上のような事実を元に合成石英ルツボを使用し、多結晶シリコン原料充填の際、引き上げ結晶内部に  $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  以上の Al 元素が取り込まれるように純 Al 金属粒を添加した。そして結晶肩から直胴尾部にかけて高速から低速へ成長速度を漸減させると、 $N_i$  領域よりすぐ低速側の I 領域でも巨大転位クラスタの形成はなく無欠陥であり、さらに低速でも

同様に無欠陥領域であった。したがって、AlをドーブしたPドーブ結晶では、OSFとN領域境界のF/G( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ )である0.20以下の領域ではN領域および無欠陥のI領域が形成されることが判った。

尚、AlはP型の導電型元素であるが故に高濃度ドーブには注意が必要である。

- 5 特にデバイス設計上支障を来たさないでドーブをするためには、結晶内部に取り込まれるAl濃度が $1 \times 10^{14} \text{ atoms/cc}$ を超えないようコントロールすることが望ましい。

また、Pドーブシリコン単結晶中のPの濃度は、 $1 \times 10^{14} \text{ atoms/cc}$ 以上となるようにPをドーブすることが好ましい。ドーブするPの濃度を、  
10  $1 \times 10^{14} \text{ atoms/cc}$ 以上とすれば十分なN型の導電性を得ることができるからである。

以下、本発明を実施例および比較例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

15

#### (実施例1)

図2に示した単結晶製造装置を用いてシリコン単結晶を製造した。直径24インチ(600mm)の石英ルツボに、原料多結晶シリコン150kgと純Al金属粒4mgをチャージし、直径210mm、方位<100>のシリコン単結晶を  
20 引き上げた。シリコン単結晶を引き上げる際、成長速度を0.60mm/minから0.20mm/minの範囲で結晶頭部から尾部にかけて漸減させるよう制御した。また、P濃度が $3 \times 10^{14} \sim 5.5 \times 10^{14} \text{ atoms/cc}$ 、酸素濃度が24~27ppma(ASTM'79)となるようにシリコン単結晶を製造した。

- 25 上記のように育成した各シリコン単結晶棒の直胴部を、図3(a)に示したように結晶成長軸方向に10cm毎の長さでブロックに切断した後、各ブロックをさらに結晶軸方向に縦割り切断し、約2mm厚のサンプルを数枚作製した。

上記サンプルについてWLT測定器(SEMILAB WT-85)及びセコエッチングにより、V領域、OSF領域、N領域、I領域の各領域の分布状況(図

3 (b) 参照)、すなわち FPD、LFPD、LSEPD 等の分布状況、そして OSF の発生状況を調査し、各領域の境界の  $F/G (\text{mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min})$  の値を確認した。

具体的には、まず、FPD、LFPD、LSEPD の評価に関しては、サンプルのうち 1 枚を平面研削した後、ミラーエッチング、セコエッチング (30 分間) を施し、無攪拌のまま放置し、所定の処理後、各欠陥の密度測定を行った。また、OSF の評価に関しては、サンプルのうち 1 枚を  $1150^\circ\text{C}$ 、100 分間 (ウェット酸素雰囲気) の熱処理後冷却し ( $800^\circ\text{C}$  で出し入れ)、薬液で酸化膜を除去した後、OSF リングパターンの確認および密度測定を行った。

10 さらに、結晶軸方向に縦割り加工したスラブサンプルを直径  $200 \text{ mm}$  の大きさにくり抜き加工し、ポリッシュにより鏡面状態に仕上げ、 $900^\circ\text{C}$ 、パイロ酸化によりウェーハ表面に酸化薄膜形成後、熱硫酸で酸化膜中の重金属を回収し、その溶液中の WSA 法による測定値から結晶バルク中に含まれていた Al 濃度を同定した。

15 以上の測定で判明した、より詳細な各領域の分布状況を図 1 (d) に示し、また各領域境界における  $F/G (\text{mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min})$  及び Al 濃度を以下に示す。

OSF と N 領域境界の  $F/G (\text{mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min})$ : 0.20

N 領域と I 領域 (無欠陥) 境界の  $F/G (\text{mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min})$ : 0.18

$F/G = 0.17$  付近の結晶バルク中 Al 濃度:  $4.1 \times 10^{12} \text{ atoms}$

20 / cc

#### (実施例 2)

石英ルツボに、原料多結晶シリコン  $150 \text{ kg}$  と純 Al 金属粒  $8 \text{ mg}$  をチャージすること以外は実施例 1 と同様にシリコン単結晶を製造し、各測定を行った。

25 以上の測定で判明した、より詳細な各領域の分布状況を図 1 (d) に示し、また各領域の境界における  $F/G (\text{mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min})$  及び Al 濃度を以下に示す。

OSF と N 領域境界の  $F/G (\text{mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min})$ : 0.20

N 領域と I 領域 (無欠陥) 境界の  $F/G (\text{mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min})$ : 0.18

$F/G = 0.17$  付近の結晶バルク中 Al 濃度:  $8.8 \times 10^{12} \text{ atoms}$

/ c c

## (比較例 1)

5 石英ルツボに、Al 金属粒を入れることなく原料多結晶シリコン 150 kg をチャージしたこと以外は実施例 1 と同様にシリコン単結晶を製造し、各測定を行った。

以上の測定で判明した、より詳細な各領域の分布状況を図 1 (b) に示し、また各領域の境界における  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ ) 及び Al 濃度を以下に示す。

OSF と N 領域境界の  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ ): 0.20

10 N 領域と I 領域 (巨大転位クラスタ形成) 境界の  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ ): 0.18

$F/G = 0.17$  付近の結晶バルク中 Al 濃度:  $1 \times 10^8 \text{ atoms/cc}$

## (比較例 2)

15 石英ルツボに、原料多結晶シリコン 150 kg と純 Al 金属粒 2 mg をチャージすること以外は実施例 1 と同様にシリコン単結晶を製造し、各測定を行った。

以上の測定で判明した、より詳細な各領域の分布状況を図 1 (c) に示し、また各領域の境界における  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ ) 及び Al 濃度を以下に示す。

OSF と N 領域境界の  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ ): 0.20

20 N 領域と I 領域 (巨大転位クラスタ形成) 境界の  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ ): 0.18

I 領域 (巨大転位クラスタ形成) と I 領域 (無欠陥) 境界の  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{°C}\cdot\text{min}$ ): 0.17

25  $F/G = 0.17$  付近の結晶バルク中 Al 濃度:  $1.8 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$

## (比較例 3)

石英ルツボに、原料多結晶シリコン 150 kg と純 Al 金属粒 4 mg をチャージし、B (ボロン) 濃度が  $1 \times 10^{15} \sim 1.5 \times 10^{15} \text{ atoms/cc}$  とな

るようにシリコン単結晶を製造すること以外は実施例 1 と同様にシリコン単結晶を製造し、各測定を行った。

以上の測定で判明した、より詳細な各領域の分布状況を図 1 (a) に示し、また各領域の境界における  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{C}\cdot\text{min}$ ) 及び Al 濃度を以下に示す。

5      OSF と N 領域境界の  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{C}\cdot\text{min}$ ): 0.22

N 領域と I 領域 (巨大転位クラスタ形成) 境界の  $F/G$  ( $\text{mm}^2/\text{C}\cdot\text{min}$ ):  
0.20

$F/G = 0.17$  付近の結晶バルク中 Al 濃度:  $3.8 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$

10

図 1 から明らかなように、P ドープシリコン単結晶の場合、Al 濃度が  $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  未満の比較例 1 及び比較例 2 では、I 領域で巨大転移クラスタが形成されており、また、たとえ無欠陥の I 領域が出現しても一部にとどまっている (図 1 (b)、(c))。しかし、Al 濃度が  $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  以上の実施例 1 及び実施例 2 では、図 1 (d) に示すように I 領域が無欠陥となり、OSF と N 領域の境界よりも低速側の全面が無欠陥領域となっている。

15

一方、B ドープシリコン単結晶の場合、比較例 3 のように、たとえ Al 濃度が  $2 \times 10^{12} \text{ atoms/cc}$  以上であろうと、図 1 (a) に示すように I 領域で巨大転移クラスタが形成されており、無欠陥の I 領域は出現しなかった。

20

尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

## 請 求 の 範 囲

1.    チョクラルスキー法により P (リン) がドーピングされたシリコン単結晶を製造する方法において、少なくとも、Al (アルミニウム) 濃度が  $2 \times 10^{12}$  atoms/cc 以上になるようにして単結晶の成長を行うことを特徴とする P ドープシリコン単結晶の製造方法。  
5
2.    前記シリコン単結晶中の P の濃度が、 $1 \times 10^{14}$  atoms/cc 以上となるようにして単結晶の成長を行うことを特徴とする請求項 1 に記載の P ドープシリコン単結晶の製造方法。  
10
3.    前記単結晶の成長は、引き上げ速度を F (mm/min) とし、シリコンの融点から  $1400^{\circ}\text{C}$  の間の引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G ( $^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ ) で表した時、 $F/G$  ( $\text{mm}^2/^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}$ ) の値が 0.2 以下の値となるようにして引き上げることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の P ドープシリコン単結晶の製造方法。  
15
4.    前記結晶の成長を、N 領域、I 領域の範囲内で行うことを特徴とする請求項 1 乃至請求項 3 のいずれか 1 項に記載の P ドープシリコン単結晶の製造方法。  
20
5.    請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項に記載した方法で製造されたことを特徴とする P ドープシリコン単結晶。
6.    請求項 5 に記載の P ドープシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハ。  
25
7.    少なくとも、Al (アルミニウム) 濃度が、 $2 \times 10^{12}$  atoms/cc 以上であることを特徴とする P (リン) ドープ N 型シリコン単結晶ウェーハ。

8. 前記ウェーハ中のPの濃度が、 $1 \times 10^{14}$  atoms/cc以上であることを特徴とする請求項7に記載のPドープN型シリコン単結晶ウェーハ。

9. 前記ウェーハの全面が、N領域及び／又はI領域のウェーハであることを  
5 特徴とする請求項7又は請求項8に記載のPドープN型シリコン単結晶ウェーハ。

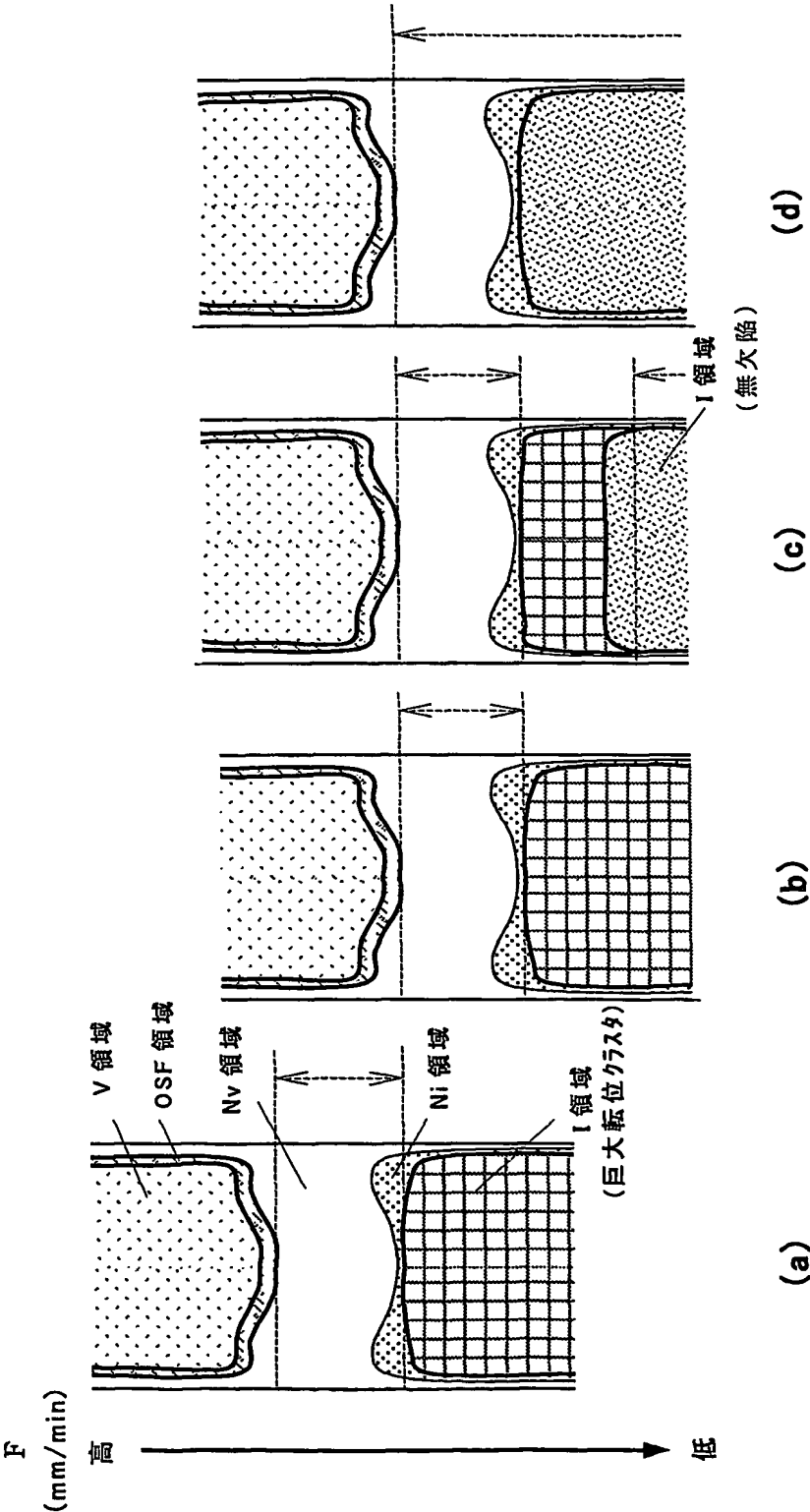


図 1



2 / 4

図 2

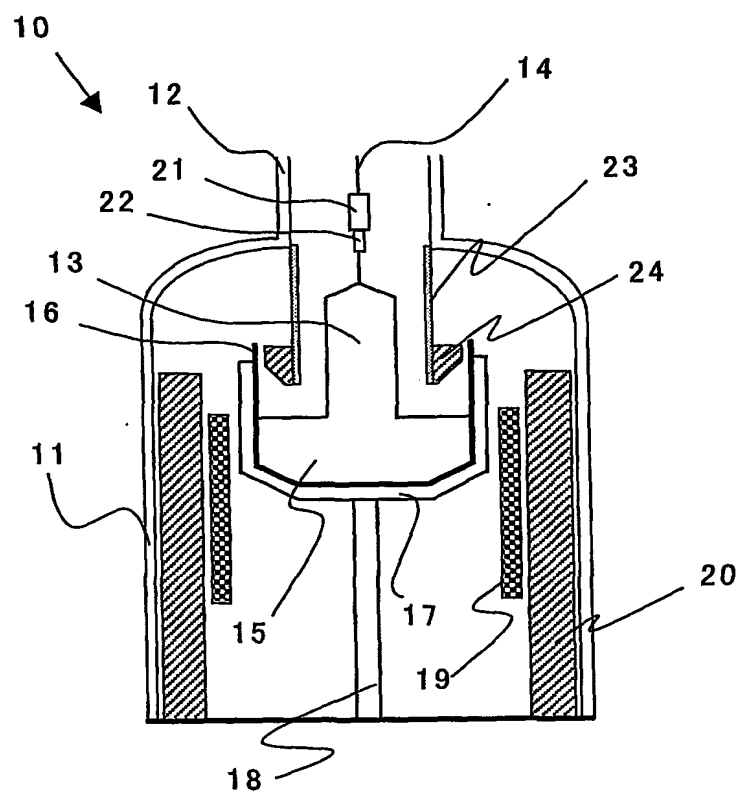
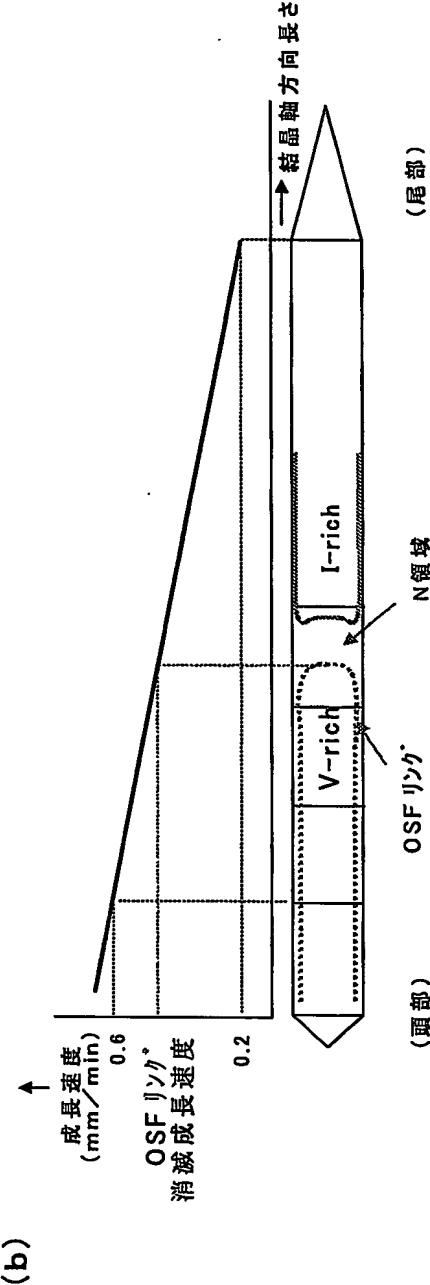
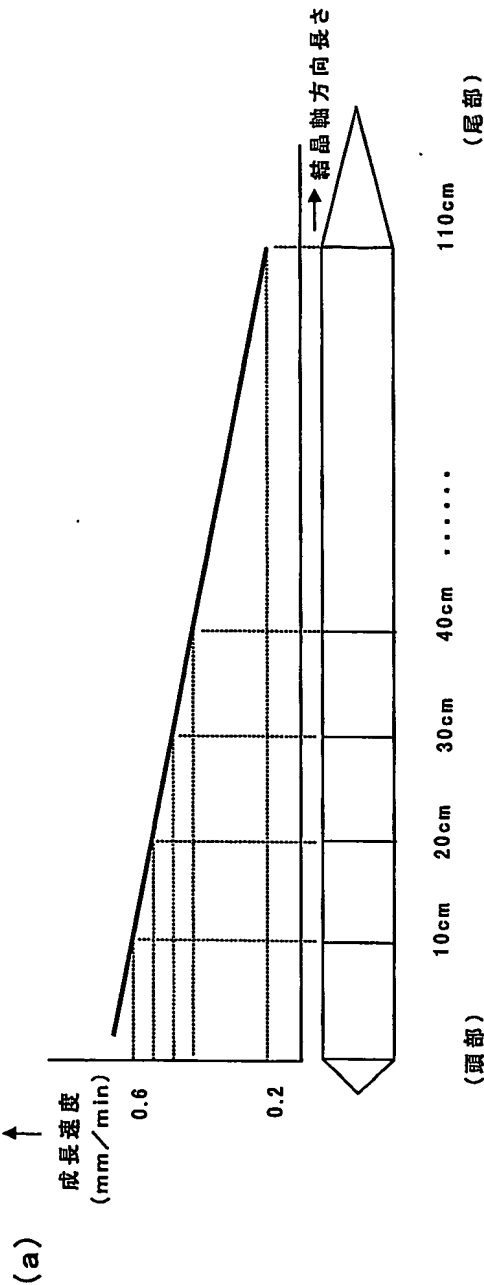


図 3



4 / 4

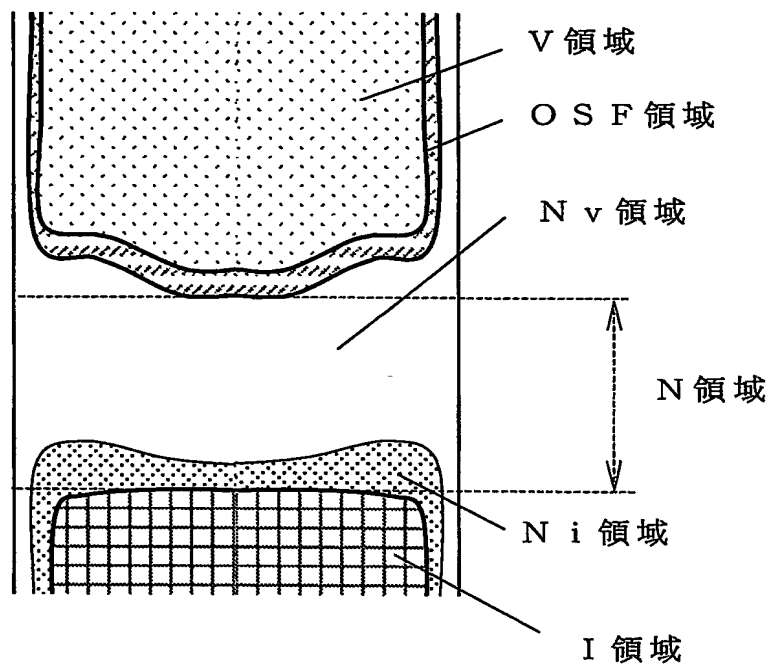
図 4

F  
(mm/min)

高



低



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/JP03/16794

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/06, 15/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
CAS ONLINE

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2000-351690 A (Nippon Steel Corp.), 19 December, 2000 (19.12.00), Claims 1, 12; Par. No. [0039] (Family: none)	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:  
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  
"E" earlier document but published on or after the international filing date  
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention  
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone  
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art  
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
03 February, 2004 (03.02.04)

Date of mailing of the international search report  
17 February, 2004 (17.02.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. <sup>7</sup> C30B29/06, 15/04

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. <sup>7</sup> C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2000-351690 A (新日本製鐵株式会社) 2000. 12. 19, 請求項1, 請求項12, 【0039】 (ファミリーなし)	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

03. 02. 2004

国際調査報告の発送日

17. 2. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
 郵便番号100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十 棲 毅

4G

9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416